

D1

# PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 59-008773  
(43)Date of publication of application : 18.01.1984

(51)Int.Cl. C09D 5/02  
C09D 3/727

(21)Application number : 57-117255 (71)Applicant : NIPPON PAINT CO LTD  
(22)Date of filing : 05.07.1982 (72)Inventor : KASHIWARA AKIO  
IKEDA SHUJI

## (54) OXIDATIVE POLYMERIZATION TYPE AQUEOUS EMULSION AND PREPARATION THEREOF

### (57)Abstract:

**PURPOSE:** The titlted emulsion, prepared by dispersing a copolymer consisting of a (semi)drying oil fatty acid and glycidyl ester of an  $\alpha$ ,  $\beta$ -ethylenically unsaturated acid, having a specific number-average molecular weight in water, and capable of giving coating films having improved water, solvent, chemical and corrosion resistance.

**CONSTITUTION:** An oxidative polymerization type aqueous emulsion prepared by dispersing a copolymer obtained by emulsion polymerizing (A) 2W60pts.wt. monomer, modified with a fatty acid, and obtained from (i) a drying oil fatty acid and/or a semidrying oil fatty acid, e.g. tung oil fatty acid, and (ii) glycidyl ester of an  $\alpha$ ,  $\beta$ -ethylenically unsaturated acid, e.g. glycidyl acrylate, with (B) 98W40pts.wt. copolymerizable another  $\alpha$ ,  $\beta$ -ethylenically unsaturated monomer, e.g. acrylic acid, and if necessary (C) a surfactant and/or a high polymeric protective colloid, and having about 20,000W300,000 number-average molecular weight in water.

**EFFECT:** Improved corrosion resistance not inferior to that of the conventional solvent type alkyd resin coating material.

## LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

⑩ 日本国特許庁 (JP)

⑪ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報 (A)

昭59—8773

⑬ Int. Cl.<sup>3</sup>

C 09 D 5/02  
3/727

識別記号

庁内整理番号

6516—4 J

6516—4 J

⑭ 公開 昭和59年(1984)1月18日

発明の数 1

審査請求 未請求

(全 7 頁)

⑮ 酸化重合型水性エマルションならびにその製造法

⑯ 特 願 昭57—117255

⑰ 出 願 昭57(1982)7月5日

⑱ 発 明 者 柏原章雄

寝屋川市池田中町19番17号日本  
ペイント株式会社内

⑲ 発 明 者 池田修治

寝屋川市池田中町19番17号日本  
ペイント株式会社内

⑳ 出 願 人 日本ペイント株式会社

大阪市大淀区大淀北2丁目1番  
2号

㉑ 代 理 人 弁理士 伊藤武雄

明 細 書

1. 発明の名称

酸化重合型水性エマルションならびにその製造法

2. 特許請求の範囲

(1) 乾性油脂肪酸および/または半乾性油脂肪酸と $\alpha$ 、 $\beta$ -エチレン性不飽和酸グリシジルエステルの反応で得られる脂肪酸変性単量体2～60重量部および前記脂肪酸変性単量体と共重合可能な他の $\alpha$ 、 $\beta$ -エチレン性不飽和単量体98～40重量部から得られる数平均分子量が約20,000～300,000の共重合体を水中に分散させてなる酸化重合型水性エマルション。

(2) 乾性油脂肪酸又は、半乾性油脂肪酸がキリ油脂肪酸、脱水ヒマシ油脂肪酸、アマニ油脂肪酸、サフラワー油脂肪酸、大豆油脂肪酸、ゴマ油脂肪酸、ケシ油脂肪酸、トール油脂肪酸、めか油脂肪酸、トウモロコシ油脂肪酸、あるいはヒマワリ油脂肪酸である特許請求の範囲第1項記載のエマル

ション。

(3)  $\alpha$ 、 $\beta$ -エチレン性不飽和酸のグリシジルエステルがアクリル酸グリシジルエステルあるいはメタクリル酸グリシジルエステルである特許請求の範囲第1項あるいは第2項記載のエマルション。

(4) 共重合可能な他の $\alpha$ 、 $\beta$ -エチレン性不飽和単量体がアクリル酸およびメタクリル酸、それらのヒドロキシアルキルエステル、アルキルエステルまたはアミド類、スチレン、スチレン誘導体およびアクリロニトリルからなる群より選ばれる1種または2種以上の単量体である特許請求の範囲第1項～第3項のいずれかに記載のエマルション。

(5) 乾性油脂肪酸および/または半乾性油脂肪酸に $\alpha$ 、 $\beta$ -エチレン性不飽和酸のグリシジルエステルを反応させて得た脂肪酸変性単量体2～60重量部と、共重合可能な他の $\alpha$ 、 $\beta$ -エチレン性不飽和単量体98～40重量部とを界面活性剤および/または高分子保護コロイドの存在下に乳

化重合せしめることを特徴とする酸化重合型水性エマルジョンの製造方法。

(6) 乾性油脂脂肪酸又は半乾性油脂脂肪酸がキリ油脂脂肪酸、脱水ヒマシ油脂脂肪酸、アマニ油脂脂肪酸、サフラワー油脂脂肪酸、大豆油脂脂肪酸、ゴマ油脂脂肪酸、ケシ油脂脂肪酸、トール油脂脂肪酸、ぬか油脂脂肪酸、トウモロコシ油脂脂肪酸あるいはヒマワリ油脂脂肪酸である特許請求の範囲第5項記載の方法。

(7)  $\alpha$ 、 $\beta$ -エチレン性不飽和酸のグリシジルエステルがアクリル酸グリシジルエステルあるいはメタクリル酸グリシジルエステルである特許請求の範囲第5項あるいは第6項記載の方法。

(8) 共重合可能な他の $\alpha$ 、 $\beta$ -エチレン性不飽和単量体がアクリル酸およびメタクリル酸、それらのヒドロキシアルキルエステル、アルキルエステルまたはアミド類、スチレン、スチレン誘導体およびアクリロニトリルからなる群より選ばれる1種または2種以上の単量体である特許請求の範囲第5項〜第7項のいずれかに記載の方法。

(9) 脂肪酸変性単量体4〜40重量部と、共重

合可能な他の $\alpha$ 、 $\beta$ -エチレン性不飽和単量体96〜60重量部を乳化重合させる特許請求の範囲第5項記載の方法。

(10) 界面活性剤がアルキルベンゼンスルホン酸塩、脂肪酸石けん、アルキル硫酸エステル等の陰イオン性活性剤および／またはポリオキシエチレンアルキルエーテル、ポリオキシエチレン脂肪酸エステル、ソルビタン脂肪酸エステル等の非イオン性活性剤である特許請求の範囲第5項記載の方法。

(11) 高分子保護コロイドが水溶性アルキド樹脂、水溶性アクリル樹脂、マレイン化ポリブタジエン、マレイン化イソブレンあるいはそれらの変性樹脂である特許請求の範囲第5項記載の方法。

### 3. 発明の詳細な説明

本発明は酸化重合型水性エマルジョンならびにその製造方法に係り、さらに詳しくは乾性油脂脂肪酸および／または半乾性油脂脂肪酸の残基が分子内に組みこまれた重合体エマルジョンで酸化重合により耐食性、耐水性の特にすぐれた塗膜を与える

ことのできる水性エマルジョンならびにその製法に関するものである。

$\alpha$ 、 $\beta$ -エチレン性不飽和単量体を乳化重合して得られるアクリルエマルジョンは非溶剤型の塗料ベースとして有用である。しかしながらこういったエマルジョンは塗膜物性をエマルジョン樹脂の分子量のみに依存しているため耐水性、耐溶剤性、耐薬品性、硬度等の点で問題があり、特に耐食性の点では溶剤型、就中アルキド樹脂塗料には遠く及ばない。

高分子量でしかも酸化硬化型の樹脂を乳化重合の乳化剤として使用し酸化硬化型のビニル系重合体エマルジョンを得る試みも種々行われており、例えばマレイン化ポリブタジエン、マレイン化油、マレイン化アルキド樹脂、水溶性アルキド樹脂などを乳化剤としたエマルジョンが知られている。しかしながらこれらは耐候性、安定性、着色等それぞれに欠点があり上塗り用として実用化にはいたっていない。最近こういった欠点を克服するものとして、アクリル重合体の側鎖に乾性油脂脂肪酸

および／または半乾性油脂脂肪酸の残基を有する構造をもつ脂肪酸変性アクリル重合体の水溶化物を乳化剤としてビニル単量体を乳化重合させ酸化型ビニル重合体エマルジョンを得ることが提案されている(特開昭52-108471号)。しかし該エマルジョンは前述のような安定性、着色等の問題は解決し得ても、分散安定剤とエマルジョンの核を形成する高分子との化学的な結合がないため物性はもっぱら物理的に多い核を形成する高分子に依存し、耐溶剤性、耐薬品性、耐食性にとり、また分散安定剤はその性質上、限られた構造に限定され樹脂設計が狭くなり、しかも樹脂の酸価が高いため耐水性の劣ったものしか得られない。従って本発明の目的は耐水性、耐薬品性、耐溶剤性、硬度の改善された、特に耐食性に優れたエマルジョンを提供するにある。本発明のさらに別の目的は酸化重合で樹脂ビヒクルたるポリマーが三次元化されそれにより上記の如き優れた諸特性の塗膜を与える水性エマルジョンを提供するにある。さらにまた別の目的は上記水性エマルジョンの製

造方法を提供するにある。

従来、アクリルエマルションの耐水性、その他の物性が悪いのは界面活性剤あるいは乳化安定剤に関係が深いと考えられており、改良はもっぱら乳化安定剤に絞られていた。しかしながら本発明者らは乳化剤をいかに改良してもその効果は乳化剤機能の改善にとどまり、アクリル樹脂自体に起因する性能面での欠点は改良されぬ点に着目し、アクリルエマルションの樹脂そのものを改質するための研究を続けた結果、本発明に到達した。

すなわち本発明に従えば、乾性油脂脂肪酸および／または半乾性油脂脂肪酸と $\alpha$ 、 $\beta$ -エチレン性不飽和酸グリシジルエステルの反応で得られる脂肪酸変性単量体2～60重量部、および該脂肪酸変性単量体と共重合可能な他の $\alpha$ 、 $\beta$ -エチレン性不飽和単量体98～40重量部から得られる数平均分子量約20,000～300,000の共重合体を水中に分散させてなる酸化重合型水性エマルションが提供される。

アクリルエマルションにおいては共重合体の平

不飽和酸のグリシジルエステルとの反応で得られる脂肪酸変性単量体である。かかる単量体は例えば乾性油脂脂肪酸および／または半乾性油脂脂肪酸に対し $\alpha$ 、 $\beta$ -エチレン性不飽和酸のグリシジルエステルを重合禁止剤の存在下に80～200℃で反応させることにより容易に得られ、この場合不活性溶剤を使用してもかまわない。

乾性油脂脂肪酸または半乾性油脂脂肪酸としては例えばキリ油脂脂肪酸、脱水ヒマシ油脂脂肪酸、アマニ油脂脂肪酸、サフラワー油脂脂肪酸、大豆油脂脂肪酸、ゴマ油脂脂肪酸、ケシ油脂脂肪酸、トール油脂脂肪酸、ぬか油脂脂肪酸、トウモロコシ油脂脂肪酸、ヒマワリ油脂脂肪酸等通常の任意の型のものが用いられる。また $\alpha$ 、 $\beta$ -エチレン性不飽和酸のグリシジルエステルの代表例はアクリル酸グリシジル、メタクリル酸グリシジルなどである。共重合体の他の成分は、前記脂肪酸変性単量体と共重合可能な他の $\alpha$ 、 $\beta$ -エチレン性不飽和単量体である。かかる単量体としてはアクリル酸、メタクリル酸、およびそれらのヒドロキシアルキルエステル、アルキ

均分子量が例えば100,000～600,000の如くかなり大であることが塗膜性能面上必要とされており、平均分子量が小さいと乾燥性、耐水性などが劣ると考えられている。しかしながら本発明にかかるアクリル共重合体はその特異な構造組成から、塗装後に酸化重合によりポリマー自身三次元化され高分子化されるため、エマルション自体が高分子量である必要はなく、数平均分子量で約20,000程度のものであれば十分にその効果があらわれる。またあまり高分子量のものではかえって製造が困難であるとの理由から、共重合体の数平均分子量は約20,000～300,000の範囲の設計せられる。しかしながらエマルション樹脂の数平均分子量は乳化剤等他の共存物質によっても左右されるので上記は絶対的なものではなくある程度の変動は許容されるものと解されるべきである。本発明にかかる酸化重合型水性エマルション（アクリルエマルション）の共重合体を構成する成分の1つは、乾性油脂脂肪酸および／または半乾性油脂脂肪酸と $\alpha$ 、 $\beta$ -エチレン性

ルエステル類；アクリルアミドおよびメタクリルアミドなどの不飽和アミド化合物；スチレン、ビニルトルエン、 $\alpha$ -メチルスチレンなどのスチレン系モノマー；アクリロニトリル、メタクリロニトリル等の不飽和ニトリル；酢酸ビニル等があげられ、それらの1種または2種以上を組合わせて使用する。

本発明のアクリル共重合体はしかしながら前記の脂肪酸変性単量体2～60重量部と共重合可能な $\alpha$ 、 $\beta$ -エチレン性不飽和単量体98～40重量部から構成されていることを必須とする。脂肪酸部分には酸化硬化に関与する不飽和結合が含まれていることが脂肪酸変性単量体の割合が2%未満では酸化重合（自然酸化あるいは金属ドライヤーの混入で促進）してもポリマーの架橋が少く塗膜の性能向上がみられず、また60%をこえると酸化重合がすすみすぎてモロくなり共に望ましくない。脂肪酸変性単量体の割合は全モノマー中4～40重量%であることが特に好ましい。

本発明のエマルションは上記共重合体が水中に

分散されてなるものであって、樹脂分子内に酸化重合に関与する乾性油脂脂肪酸および／または半乾性油脂脂肪酸部分が組みこまれたいるため、塗装後自然酸化により、あるいはより好ましくは金属ドライヤーの存在で促進される酸化で共重合体自身が三次元的に架橋硬化され耐食性、耐水性に特にすぐれた強じんな塗膜が形成される。

本発明のエマルションには所望により顔料、親水性溶剤、可塑性、着色剤等を加えたり、変性アミノ樹脂、エポキシ樹脂、ポリエステル樹脂、アクリル樹脂等の広範囲の水溶性もしくは水分散性樹脂をエマルションの特性をそこなわぬ範囲内において配合することも可能である。これらの組成物は常法により塗料化され、浸漬法、ハケ塗り、スプレー塗り、ロール塗り等の方法により塗装することが可能であり、各種基材に適用されるが、特に水性であり且つ耐食性に優れた皮膜を与えるところから、金属材料のプライマーとして有用である。

上記酸化重合型水性エマルションは、既に述べ

重合温度は20～100℃で行われるが40～80℃で重合するのが好ましい。重合触媒としては水溶性の過酸化物、過硫酸カリ、過硫酸アンモニウム等のラジカル遊離触媒が用いられ、特に好ましいものは過硫酸アンモニウム-メタ亜硫酸ソーダ等のレドックス系触媒である。またメルカプタン、四塩化炭素、四臭化炭素、イソプロパノール等の分子量調整剤を使用することもできる。

乳化重合により製造された上記共重合体の数平均分子量は約20,000～300,000である。

本発明にかかるエマルションは塗装後、酸化重合により樹脂自体の三次元化で耐水性、耐溶剤性、耐薬品性、耐食性に優れ、硬度の大なる皮膜を与え、特に耐食性の点で従来の溶剤型アルキド樹脂塗料に匹敵する効果を示す点に於て極めて特徴のあるものである。

以下実施例ならびに比較例により本発明を説明する。例文中「部」および「%」は「重量部」および「重量%」を各々意味する。

乾性油脂脂肪酸および／または半乾性油脂脂肪酸と $\alpha$ 、 $\beta$ -エチレン性不飽和酸のグリシジルエステルとの反応で得られる脂肪酸変性単量体2～60重量部と、共重合可能な他の $\alpha$ 、 $\beta$ -エチレン性不飽和単量体98～40重量部とを、水性媒体中、界面活性剤および／または高分子保護コロイドの存在下に乳化重合させることにより好都合に製造せられる。界面活性剤としては通常乳化重合に使用せられる任意の公知のものが用いられるが、例えばアルキルベンゼンスルホン酸塩、脂肪酸石けん、アルキル硫酸エステル等の陰イオン性活性剤および／あるいはポリオキシエチレンアルキルエーテル、ポリオキシエチレン脂肪酸エステル、ソルビタン脂肪酸エステル等の非イオン性活性剤が好都合に用いられる。また乳化安定剤として、水溶性アルキド樹脂、水溶性アクリル樹脂、マレイン化ポリブタジエン、マレイン化イソブレン等水溶性の高分子保護コロイドを使用することもできる。

乳化重合は従来公知の方法で行うことができる。

#### 実施例 1

##### 1-(a)

あまに油脂脂肪酸	237部
メタクリル酸グリシジル	119部
ハイドロキノン	0.4部
テトラエチルアンモニウムブロマイド	0.2部

を反応容器の入れ、攪拌しながら170～180℃の温度で反応を行った。エポキシ基とカルボキシル基の付加反応は、残存カルボキシル基の量を測定しながら追跡した。反応が完了するまで約3時間かかった。

##### 1-(b)

攪拌器、冷却器、温度制御装置、窒素導入管を備えた1リットルコルベンに、脱イオン水370部、ラウリル硫酸ナトリウム（花王石鹸社製：エマル0）4.2部とポリオキシエチレンノニルフェニルエーテル（花王石鹸社製：エマルゲン935）14部を仕込み、攪拌下で温度を80℃に昇温した。別に用意した過硫酸カリウム1.4部

を脱イオン水60部に溶解したもののうち20部を1リットルコルベンに仕込み、約10分間のうち、1-(a)の付加反応物52.5部、スチレン56部、メタクリル酸メチル128部、アクリル酸n-ブチル109部、アクリル酸4.5部の混合物を3時間かけて滴下した。反応は窒素流入下で80℃に保ちながら行った。過硫酸カリウムの残りは単量体混合物の滴下と同時に3時間30分で終了するように滴下した。単量体混合物の滴下終了後、液温を80℃に保ち2時間経過して終了とした。この方法により、不揮発分44.8%、粘度400cp、のエマルションを得た。樹脂の数平均分子量は約150,000であった。

## 実施例2

単量体混合物として1-(a)の付加反応物21部、スチレン35部、メタクリル酸メチル140部、メタクリル酸n-ブチル49部、アクリル酸2-エチルヘキシル98部、アクリル酸7部を用いる以外は実施例1と同じ方法で不揮発分45.3%、粘度250cpのエマルションを得た。樹脂

部、ポリオキシエチレンソルビタンモノラウレート(花王石鹼社製：トウイーン20)2.7部を仕込み、攪拌下で温度を50℃に昇温した。別に、過硫酸アンモニウム1.75部を脱イオン水80部に溶解したものと、亜硫酸水素ナトリウム1.75部を脱イオン水80部に溶解したものを用意した。一方、脱イオン水140部に前記の界面活性剤すなわちドデシルベンゼンスルホン酸ナトリウムの2.5部とポリオキシエチレンソルビタンモノラウレート10.6部を溶解したものを攪拌しながら3-(a)の付加反応物140部、スチレン28部、メタクリル酸エチル87.5部、メタクリル酸2-エチルヘキシル70部、メタクリル酸ヒドロキシエチル21部、アクリル酸3.5部の混合物をゆっくりと添加し、約5分後に反応単量体のブレエマルションをえた。1リットルコルベン中の乳剤水溶液が50℃であることを確かめたのち、先に用意した過硫酸アンモニウムの水溶液と亜硫酸水素ナトリウムの水溶液を3時間30分で終了するように別個に滴下した。開始剤

の数平均分子量は約150,000であった。

## 実施例3

## 3-(a)

サフラワー油脂肪酸	236部
メタクリル酸グリシジル	131部
ハイドロキノン	0.4部
テトラエチルアンモニウムブロマイド	0.2部
エチルセロソルフ	89部

を反応容器に入れ、攪拌しながら130~140℃の温度で反応を行った。エポキシ基とカルボキシル基の付加反応は、残存カルボキシル基の量を測定しながら追跡した。反応が完了するまで約4時間かかった。このものを120℃に保ち、攪拌しながら減圧下で脱溶剤した。

## 3-(b)

攪拌器、冷却器、温度制御装置、窒素導入管を備えた1リットルコルベンに、脱イオン水220部、ドデシルベンゼンスルホン酸ナトリウム(花王石鹼社製：ネオベレックスNo.6)1.0

の滴下をはじめて約15分後窒素流入下で先に用意したブレエマルションを3時間かけて滴下した。反応開始剤の水溶液が滴下終了後、温度を60℃に1時間保ち、反応を終了した。この方法により、不揮発分40.4%、粘度200cp、のエマルションを得た。樹脂の数平均分子量は約120,000であった。

## 実施例4

## 4-(a)

トール油脂肪酸	235部
メタクリル酸グリシジル	119部
ハイドロキノン	0.4部
テトラエチルアンモニウムブロマイド	0.2部

を反応容器に入れ、攪拌しながら140~150℃の温度で反応を行った。エポキシ基とカルボキシル基の付加反応は残存カルボキシル基の量を測定しながら追跡した。反応が完了するまで約4.5時間かかった。

## 4-(b)

エチルセロソルフ100部を反応容器に入れ、加熱して120℃にした。次に以下に示す割合の混合物をこの溶液に2時間かけて滴下した。反応は窒素流入下で行った。

4-(a)の付加反応物	60部
メタクリル酸n-ブチル	12部
スチレン	15部
アクリル酸	13部
アソビスイソブチロニトリル	4部

滴下終了後1時間にアソビスイソブチロニトリル1部を反応溶液に加え、さらに2時間120℃に保ち、反応を終了した。120℃減圧下で脱溶剤し、不揮発分96%、酸価95のトール油脂肪酸変性のアクリル重合体をえた。

#### 4-(c)

攪拌器、冷却器、温度制御装置、窒素導入管を備えた1リットルコルベンに4-(b)でえたトール油脂肪酸変性のアクリル重合体78部、ブチルセロソルフ10部、脱イオン水400部、ジメチルエタノールアミン12部を仕込み、攪拌して

950cpであった。また樹脂の数平均分子量は約70,000であった。

#### 比較例1

実施例1のエマルション製造工程(1-(b))において単量体混合物としてスチレン66部、メタクリル酸メチル150部、アクリル酸n-ブチル128部アクリル酸6部を用いる以外は実施例1と同じ方法でエマルションを製造した。単量体組成は実施例1の1-(a)の付加反応物52.5部を比例的に振りわけたものである。このエマルションは不揮発分45.0%、粘度350cpであった。本樹脂の数平均分子量は約150,000であった。

#### 比較例2

実施例4のエマルション製造工程(4-(c))において単量体混合物としてメタクリル酸メチル119部、スチレン39部、アクリル酸n-ブチル92部を用いる以外は実施例4と同じ方法でエマルションを製造した。単量体組成は実施例4-(c)での4-(a)の付加物25部を比例的に

トール油脂肪酸変性のアクリル重合体を完全に水に溶解し、80℃に昇温した。次にアソビスシアノ古草酸5部を脱イオン水55部とジメチルエタノールアミン4.7部に溶解した。これの80%を反応容器に仕込み、10分後に、4-(a)の付加物25部、メタクリル酸メチル107.5部、スチレン35部、アクリル酸n-ブチル82.5部の混合物を2時間かけて滴下した。滴下終了後アソビスシアノ古草酸水溶液の残りを仕込み、80℃にて2時間保ち反応を終了した。エマルションの不揮発分は40.2%、粘度は1100cpであった。樹脂の数平均分子量は約70,000であった。

#### 実施例5

実施例4の4-(b)でえたトール油脂肪酸変性のアクリル重合体のかわりに、油長40%のサフラワー油変性アルキド樹脂(酸価65、水酸価43、数平均分子量1240)を78部用いるほかは実施例4と同じ方法でエマルションをえた。このエマルションは、不揮発分39.9%、粘度

振りわけたものである。このエマルションは不揮発分40.4%、粘度800cpであった。なお樹脂の数平均分子量は約70,000であった。

上記各実施例および比較例のエマルションにドライヤーとしてナフテン酸コバルト水溶液(ディックネート3111、大日本インキ化学社製)を不揮発分の1%の割合で加えガラス板に4milのドクターブレードで塗布したもの、および磨鋼板に1㎡あたり100gの塗付量になるように刷毛塗りしたのち、室温で3時間乾燥後の撥水性および7日間乾燥後の塗膜性能をしらべそれぞれ下記第1表の如き結果を得た。

(以下余白)

第 1 表

試験項目		実 施 例					比 較 例	
		1	2	3	4	5	1	2
7 日 間 乾 燥 後 の 塗 膜 性 能	(注1) 耐 温 水 性	○	□	○	◎	○	×	△
	(注2) 耐ソルト スプレー性	○	○	○	○	○	×	△
	(注3) 鉛 筆 硬 度	H	HB	F	F	H	3B	HB
	(注4) キシロール スポット	□	チヂミ	○	○	チヂミ	×	チヂミ
	(注5) 剥 離 強 度	15kg	12kg	18kg	16kg	12kg	8kg	7kg
3 時 の 耐 水 性 後 能	(注6) 耐 水 性	○	○	◎	◎	○	×	○

尚試験ならびに評価は次の通りに行った。

## (注1) 耐温水性

40℃の温水中に2週間浸漬し、塗膜に発生する異常を観察し、

◎ 異常なし

○ 小さなフクレが少し存在する

□ 小さなフクレが存在し、つやが少しひけている

△ フクレが多い、またはつやがひけている

× フクレが多く、つやもひけている

## (注2) 耐ソルトスプレー性

5%塩水を40℃で120時間スプレーした後のサビ発生の状態を観察し

◎ サビの発生なし

○ 点サビが少し発生

□ 糸サビがところどころ発生

△ サビが多い

× サビ多く、塗膜剥離あり

## (注3) 鉛筆硬度

6B～9H硬度記号の三菱ユニ鉛筆を用い、

塗膜をひっかきキズの生成する硬度の一段下の硬度記号で表示

## (注4) キシロールスポット

塗膜上にキシレンを1滴落し、キシレン揮発後の塗膜状態を観察、チヂミは硬化しているが、硬化不良を示す

◎ 異常なし

○ 殆んど異常なし

□ 少しチヂミあり

× 溶解

## (注5) 剥離強度

塗膜上に水を1滴落し、塗膜の水をはじく状態を観察

◎ よく撥水し、異常なし

○ 異常なし

△ 溶解傾向

× 溶解

## (注6) 耐水性

アドヒジョンテスター（エルコメータ社）を使用

特許出願代理人

弁理士 伊 藤 武 雄



◎ > ○ > △ > ×